

SiC_f/TC17 复合材料拉伸行为研究*

张旭 王玉敏 杨青 雷家峰 杨锐

(中国科学院金属研究所, 沈阳 110016)

摘要 研究了 SiC_f/TC17 复合材料的室温、高温(773 K)拉伸性能及其断裂机制. 结果表明: SiC_f/TC17 复合材料室温、高温应力-应变曲线受纤维线弹性变形和基体屈服程度影响呈现不同的形状; 室温断裂机制主要是反应层多次断裂、纤维一次断裂和基体脆性断裂等, 高温断裂机制主要是纤维多次断裂、基体韧性断裂和大范围的界面脱黏等; 纤维累计损伤理论适合于对 SiC_f/TC17 复合材料断裂强度的估测, 其中室温断裂强度符合临界断裂纤维数大于或等于 3 时的局部承担载荷模型, 高温断裂强度符合均匀承担载荷模型. 结合断裂机制和强度估算结果, 详细论述了 SiC_f/TC17 复合材料室温、高温拉伸断裂过程.

关键词 钛基复合材料, SiC 纤维, 拉伸性能, 断裂机制, 断裂过程

中图法分类号 TG146.23

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2015)09-1025-13

STUDY ON TENSILE BEHAVIOR OF SiC_f/TC17 COMPOSITES

ZHANG Xu, WANG Yumin, YANG Qing, LEI Jiafeng, YANG Rui

Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

Correspondent: WANG Yumin, associate professor, Tel: (024)83978948,

E-mail: yuminwang@imr.ac.cn

Manuscript received 2015-03-03, in revised form 2015-06-22

ABSTRACT Tensile properties and fracture mechanisms of SiC_f/TC17 composites at room temperature and 773 K were studied. The results show that fiber elastic deformation and matrix yielding contributed to the shapes of the stress-strain curves of SiC_f/TC17 composites, which were the bilinear appearance at 298 K and the slight curvature at 773 K. Major fracture mechanism of SiC_f/TC17 composites at room temperature were as follows: multiple fractures of the interfacial reaction layer, single fiber fracture, matrix brittle fracture *etc.*. Typical fracture mechanism of SiC_f/TC17 composites at elevated temperature were as follows: multiple fiber fracture, matrix plastic fracture, interface debonding *etc.*. Fiber cumulating damage theory was proved to be suitable for estimation of the fracture strength of this composite. The calculations of local loading sharing model while taking three or more fibers failure into account and global loading sharing model were close to the experimental values of room temperature and elevated temperature respectively. In addition, according to fracture mechanisms and strength prediction, tensile fracture process of SiC_f/TC17 composites at room and elevated temperature were explained in detail. At room temperature, multiple fractures of the interfacial reaction layer started at first, and then the weak fiber fractured gradually and randomly. After critical fiber cluster has been formed by nearby broken fibers, the crack extended into the matrix from these fibers. With the increase of load, the fibers and the matrix at the tip of crack gradually destroyed. At the same time, the cracks from other critical fiber clusters were also expanding and connecting to each other. When the crack area has reached the critical level, the remaining fiber and matrix quickly fractured. However, at elevated temperature the matrix yielded firstly, and then multiple fracture randomly of the interfacial reaction layer and the weak fiber occurred sequentially. The crack from broken fiber deflected at interface between fiber and matrix, caused interface debonding. With the increasing of broken fiber number, the micro-cavities of matrix emerged gradually in the stress concentration area. When the total crack area accumulated by the broken fibers and

* 收到初稿日期: 2015-03-03, 收到修改稿日期: 2015-06-22

作者简介: 张旭, 男, 1983年生, 博士

DOI: 10.11900/0412.1961.2015.00127

micro-cavities of matrix has reached the critical level, the remaining fiber and matrix quickly fractured.

KEY WORDS titanium matrix composite, SiC fiber, tensile property, fracture mechanism, fracture process

连续 SiC 纤维增强钛基复合材料比传统钛合金具有更高的比强度、比模量以及工作温度, 应用前景非常广泛, 尤其是将其制成转子、叶片等部件应用于航空燃气涡轮发动机中, 可极大地减轻发动机重量, 提高发动机的工作效率^[1,2]. 沿纤维轴向的拉伸性能是该类复合材料最重要的力学性能之一, 已得到了广泛的关注以及较为深入的研究, 其影响因素包括基体和纤维性能^[3,4]、纤维体积分数^[5]、复合工艺^[6]、测试标段长度^[7]、变形速率^[8]及工作环境^[9,10]等, 因此, 关于 SiC 纤维增强钛基复合材料拉伸性能及其失效机制的分析就显得尤为复杂, 并且观点不一. 目前人们普遍接受的失效机制为纤维累计损伤模式, 即在加载过程中, 由于纤维强度存在分散性, 使得脆弱纤维发生随机断裂, 而后这部分断裂纤维承担的载荷将转移给其它未断纤维. 根据断裂纤维形成的应力集中是否足以改变纤维累计损伤的随机性, 可将累计损伤模式分为均匀承担载荷(global loading sharing, GLS)模型和局部承担载荷(local loading sharing, LLS)模型^[5,11]. 前者认为断裂纤维形成的应力集中不足以改变纤维的累计损伤随机性, 载荷由整个截面上未断的纤维共同承担; 后者则认为局部应力集中不可忽略, 断裂纤维的载荷将转移到周围未断的纤维上, 使其断裂概率增加.

尽管关于 SiC 纤维增强钛基复合材料已经得出了一些失效模型和断裂机制, 但是目前对于复合材料中纤维、反应层和基体的断裂顺序以及复合材料的断裂过程仍然没有得到完整的描述, 特别是对于 SiC/TC17 复合材料, 其力学性能更是鲜有报道. TC17 合金作为制备涡轮发动机盘锻件的重要材料, 已成为钛基复合材料的首选基体之一, 因此, 研究 SiC/TC17 复合材料的室温、高温拉伸性能及其断裂机制, 对该类复合材料的应用具有重要的实际意义. 本工作采用磁控溅射先驱丝法并结合热等静压方式制备 SiC/TC17 复合材料, 并对其进行了室温(298 K)和高温(773 K)拉伸测试, 通过分析断口表面及材料内部形貌并结合纤维累计损伤模型的计算结果, 提出了 SiC/TC17 复合材料的室温和高温拉伸断裂机制, 并完整地总结了其断裂过程.

1 实验方法

实验所用 SiC 纤维采用化学气相沉积法(CVD)生产, 直径 d_f 为 103 μm , C 层厚度为 1.6 μm , 断裂

强度用 Weibull 分布计算后其特征强度 σ_0 为 3611.4 MPa, Weibull 模数 m 为 8.0. TC17 合金名义成分为 Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr (质量分数, %). 利用双对靶磁控溅射仪将基体 TC17 合金沉积到 SiC 纤维表面制成 SiC_f/TC17 复合材料先驱丝, 再将先驱丝装入 TC17 合金包套管中, 经抽真空密封、热等静压成型后得到 SiC_f/TC17 复合材料棒状样品.

将 SiC_f/TC17 复合材料及经历相同热等静压过程的 TC17 合金棒状样品均加工成拉伸试样, 轮廓尺寸如图 1 所示. 其中 SiC_f/TC17 复合材料试样标段区内芯部复合材料直径 3.6 mm, 复合材料外包套壁厚 0.45 mm, 纤维在整个样品中的体积分数 V_f 为 33%. 试样表面进行机械抛光以消除机械加工痕迹. 拉伸测试在 Instron5582 电子万能试验机上进行, 实验温度为 298 和 773 K, 纤维轴向平行于加载方向, 平均应变速率为 1 mm/min.

利用 S-3400N 扫描电子显微镜(SEM)对拉伸断口及断口附近纵剖面形貌进行观察. 其中纵剖面样品的制备过程为: 首先利用线切割在已拉断样品断口以下 5 mm 位置沿垂直于纤维方向切取部分样品, 对其热镶嵌固定后再进行机械研磨、抛光, 研磨时为避免对纤维造成损伤, 砂纸型号依次选用颗粒度较小的 600, 1000 和 2000 号, 最后利用钛合金腐蚀液(3%HF+10%HNO₃+87%H₂O (体积分数)的混合溶液)对样品表面进行腐蚀.

2 实验结果

2.1 SiC_f/TC17 复合材料微观结构

图 2 是热等静压成形后 SiC_f/TC17 复合材料棒状样品的微观形貌. 可以看出, 纤维的分布均匀, 呈现近六方排布, 整个截面上没有发现孔洞、缝隙等未压实的迹象. 由图 2b 可见, SiC 纤维与基体的结合良好, 在纤维和基体之间形成一个厚度约为 1 μm 的界面反应层, 反应层主要成分是 TiC^[12,13], 会导致界面区域的硬度和脆性增加. 热等静压后, 残余未消耗的 C 层厚度约为 1.6 μm , C 层与纤维、C 层与反应层、反应层与基体 3 种界面都没有发现开裂的迹象.



图 1 SiC_f/TC17 复合材料拉伸试样示意图

Fig.1 Schematic of tensile specimen of SiC_f/TC17 composites (unit: mm)

另外, 纤维周围基体为 $\alpha+\beta$ 细小等轴晶组织, 图 2b 中基体深灰色区域为 α 相, 灰白色区域为 β 相.

2.2 SiC/TC17 复合材料室温和高温拉伸性能

SiC/TC17 复合材料和 TC17 合金的室温、高温拉伸性能如表 1 所示. 可见, 复合材料在 298 和 773 K 的断裂强度分别为 1717 和 1341 MPa, 与基体 TC17 合金相比, 断裂强度分别提升了 62.1% 和 84.7%. 可见, 高温时纤维增强效果更加明显, 这是由于高温时基体性能大幅下降, 而复合材料中纤维性能不发生明显降低^[10]的结果. 另外, 相比于室温, 773 K 时基体的弹性模量降低 36 GPa, 而复合材料的弹性模量仅降低 12 GPa, 高温时复合材料中的纤维弹性模量较室温无明显下降, 说明复合材料的弹性模量主要受纤维模量控制.

图 3 为 SiC/TC17 复合材料和 TC17 合金的室温和高温拉伸应力-应变曲线. 可见, 复合材料的室温拉伸应力-应变曲线呈现出典型的双直线形状, 双直线间的拐点(1150 MPa)被认为是材料的屈服强度^[7,14], 拐点之前复合材料发生弹性形变, 应力随应变线性增加, 直线的斜率即为复合材料的弹性模

量, 拐点之后基体发生微小屈服, 使直线斜率降低. 第二段直线的初始和末尾有多处小幅波动现象, 说明材料内局部基体、纤维或界面可能发生了断裂. 复合材料在 773 K 的拉伸应力-应变曲线呈现近弧线特点, 这是由于高温时基体屈服点降低, 并且加载过程中界面脱黏使界面转移载荷的能力下降, 造成基体发生大范围塑性变形, 从而改变了应力-应变曲线的弹性特征. 从复合材料在 773 K 应力-应变曲线中无法直接获得屈服强度, 需借助基体在 773 K 的应力-应变曲线, 并且考虑基体残余应力的影响, 可以间接计算复合材料的屈服强度. 图 3 中 TC17 合金在 773 K 时的屈服强度为 613 MPa, 文献[15]利用有限元方法计算得出 773 K 时复合材料中基体的轴向残余拉应力为 166 MPa, 意味着高温拉伸载荷作用下复合材料中的基体将在 447 MPa (TC17 屈服强度减去基体轴向残余拉应力)时提前屈服, 该应力在 TC17 合金 773 K 的应力-应变曲线中对应的应变为 0.57%, 即复合材料的屈服应变, 再由复合材料在 773 K 的应力-应变曲线可知, 该应变对应的强度为 1006 MPa, 即复合材料的屈服强度. 采用同样方法

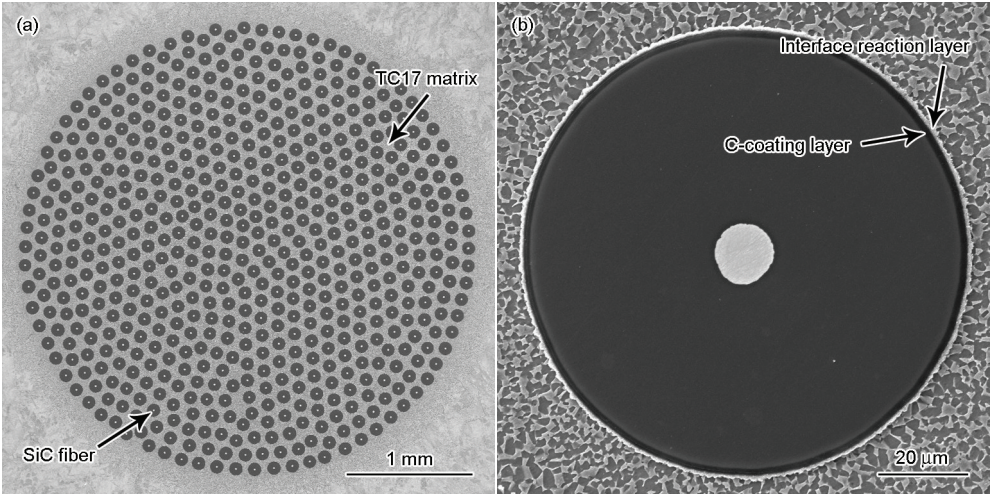


图 2 热等静压后 SiC/TC17 复合材料的微观形貌

Fig.2 Cross-section of the SiC/TC17 composites rod showing regular distribution of fibers (a) and overview of interface between fiber and matrix (b)

表 1 SiC/TC17 复合材料及基体的拉伸性能

Table 1 Tensile properties of the SiC/TC17 composites and TC17 alloy at 298 and 773 K

Material	Testing temperature	Yield strength	Fracture strength	Failure strain	Elastic modulus
	K	MPa	MPa	%	GPa
SiC/TC17	298	1150	1717	0.91	196
SiC/TC17	773	—	1341	0.79	184
TC17	298	959	1059	>2.00	113
TC17	773	613	726	>2.00	77

chinaXiv:202303.00576v1

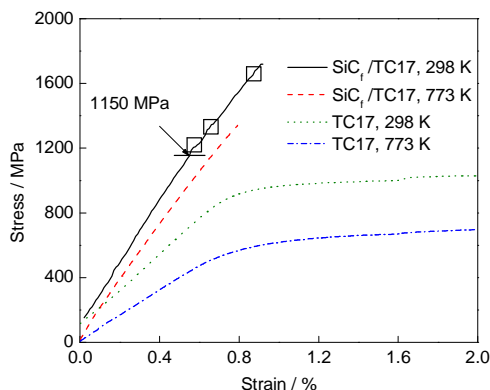


图3 SiC_f/TC17复合材料及TC17合金的拉伸应力-应变曲线

Fig.3 Stress-strain curves for the SiC_f/TC17 composites and the TC17 alloy at 298 and 773 K (Curves for SiC_f/TC17 composites were plotted to fracture, curves for TC17 alloy were interrupted at 2% strain, some slight fluctuations in the straight line were marked by dotted square)

计算室温时复合材料的屈服强度为1126 MPa, 与由应力-应变曲线直接获得的屈服强度(1150 MPa)偏差仅-2.1%, 说明采用该方法推算复合材料的屈服强度是较为准确的。但该方法并不适合估算复合材料的断裂强度, 因为决定复合材料断裂的是纤维强度而非基体强度, 并且当基体屈服后导致纤维断裂和界面脱黏开裂, 纤维应变、基体应变与复合材料应变将不再保持一致。

2.3 SiC_f/TC17复合材料拉伸断口形貌

2.3.1 SiC_f/TC17复合材料室温拉伸断口形貌

图4a是SiC_f/TC17复合材料的室温拉伸断口全貌, 图中清晰地反映出复合材料拉伸试样由外部包套和芯部复合材料2部分组成, 其中包套的典型断口形貌如图4b所示, 断口上存在大量韧窝, 表明其断裂前发生了较大的塑性变形。在全部一周的包套断口上都没有发现脆性断裂的迹象, 说明包套在拉伸载荷作用下发生韧性断裂, 包套的断裂发生在拉伸过程的最后阶段。芯部复合材料的断口按断面高度可以大体分为5个不同的断面区域, 其中区域1, 2, 3和5内的基体断面较为平坦, 区域4内的基体断面起伏较大。

将平坦的区域3放大观察, 如图4c和d所示。可见, 基体断面平坦, 表面纹路沿着先驱丝柱状晶的生长方向呈由内而外的发散形状, 显示出脆性断裂模式。纤维的断面同样显示出明显的脆性断裂迹象, 其断面纹理多样, 多数纤维断面几乎与周围基体断面处于同一平面, 界面没有明显的开裂迹象,

仅有少数几根纤维出现拔出现象, 且拔出长度有限。利用SEM的电子束聚焦高度, 可以测量出纤维拔出的平均高度约0.2 mm。此外, 在某些纤维拔出后留下的空洞内壁, 附着着少量的残余C层, 可以说拔出纤维的断裂过程由纤维芯部开始, 向四周扩展, 当裂纹到达C层后, 由于类石墨碳的片层排列平行于纤维轴向, 因此极易发生C层劈裂, 形成裂纹钝化或偏转, 但该现象在室温断口的平坦区域中并不常见。区域1, 2和5的断口主要特点与区域3基本一致。起伏较大的区域4放大观察如图4e和f所示。基体断面的起伏程度明显大于区域3, 基体中出现了大量韧窝, 证明基体断裂前发生了塑性变形, 其断裂模式为韧性断裂。从基体形貌可以推断, 区域4的断裂发生在区域1, 2, 3和5断裂之后。同样, 在区域4内, 纤维断面与周围基体几乎处于同一平面, 并且随着基体断面的起伏而高低分布。另外, 该区域纤维/基体界面的开裂程度明显大于区域3, 但是拔出纤维的数量和长度没有显著增加, 说明在室温条件下, 整个复合材料内纤维/基体的界面结合强度较大。

2.3.2 SiC_f/TC17复合材料高温拉伸断口形貌

图5a是SiC_f/TC17复合材料773 K时拉伸断口的宏观形貌。包套断口的形貌如图5b所示, 与室温相比没有变化, 均显示韧窝状, 其断裂方式为韧性断裂。芯部复合材料的断口形貌则较室温时发生了显著变化, 整个断口上基体起伏程度大, 表面极不规则, 没有相对平整的区域, 更无法划分出类似室温时处于多个不同断裂平面的区域。

图5c是SiC_f/TC17复合材料773 K拉伸断口的典型局部图。纤维断面与周围基体断面并不处于同一平面, 断口中出现了大量的纤维拔出现象, 纤维拔出的平均长度约为0.5 mm。可见, 无论是拔出数量还是拔出长度, 高温拉伸断口都大于室温拉伸断口, 说明773 K时复合材料的界面结合强度小于室温。除了纤维出现拔出现象以外, 有些纤维中的W芯也出现了“拔出”现象, 如图5d所示, 意味着高温时W芯与SiC纤维的界面结合强度下降。此外, 在几根相距较近的纤维间, 基体出现了平行于纤维轴向的纵向裂纹, 如图5e所示, 它们促使界面脱黏绕过纤维与其它纵向裂纹相连, 从而在复合材料中形成了一个较长的纵向裂纹面。该裂纹面的形成主要是由于纤维间基体较薄, 反应层和基体的周向残余拉应力过大的缘故。纵向裂纹在室温拉伸断口中也有出现(图4d), 但由于基体没有发生大规模的塑性

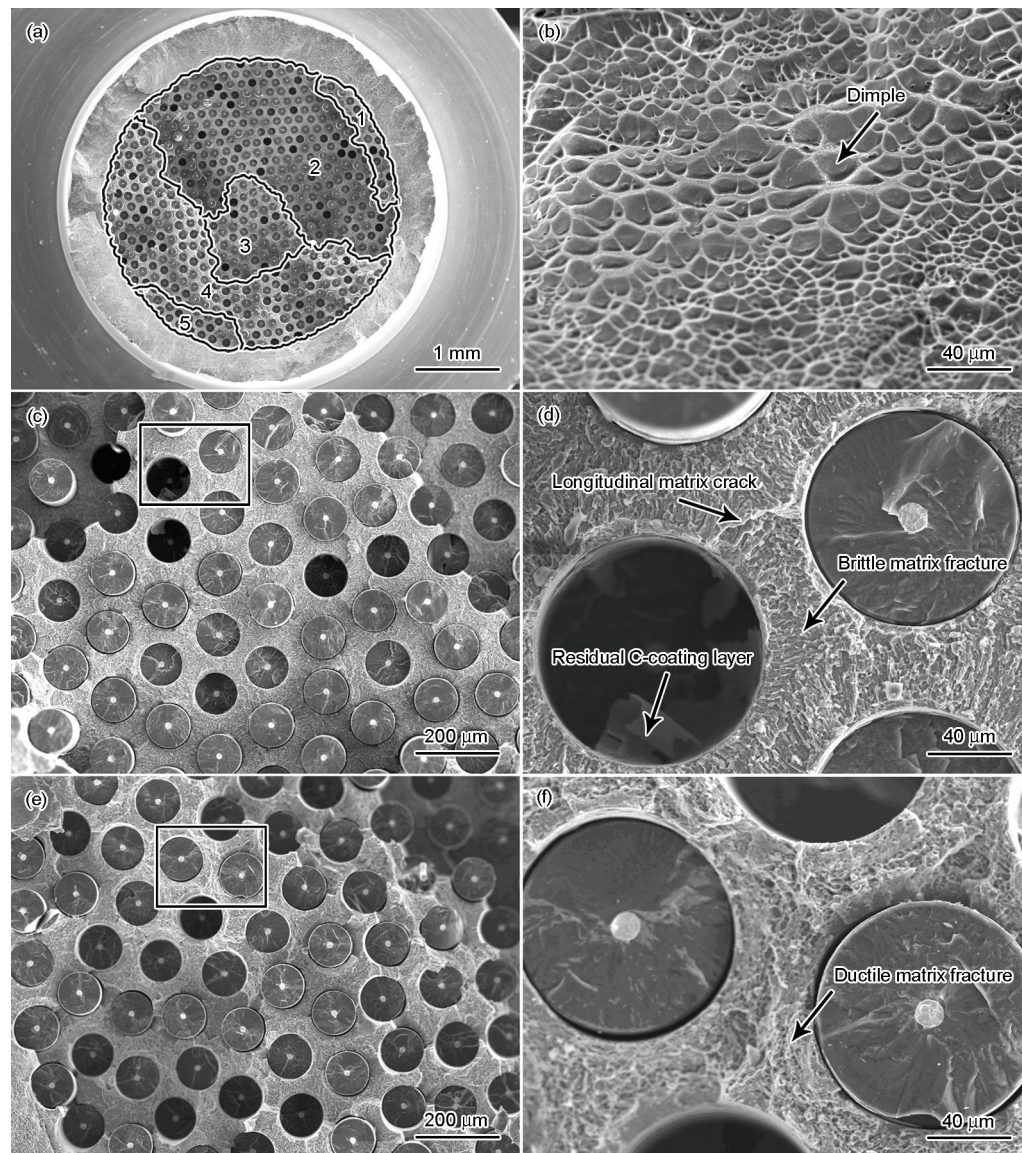


图4 SiC/TC17 复合材料298 K拉伸断口形貌

Fig.4 Fracture morphologies of the fracture surface of the SiC/TC17 composites at 298 K

- (a) fracture surface divided into 5 regions by height
- (b) dimples in the TC17 canning
- (c) flat fracture region 3
- (d) magnification of the area surrounded by black frame in Fig.4c
- (e) irregular fracture region 4
- (f) magnification of the area surrounded by black frame in Fig.4e

变形, 并且界面无明显脱黏, 使该现象不易被观察到。事实上, 室温时之所以出现了多个处于不同断裂平面的区域, 正是由于某一裂纹面在扩展的过程中被纵向裂纹面阻止, 此后, 处于多个不同平面的裂纹扩展也相继被纵向裂纹面阻止, 才形成了几个断面平坦区域被最终固定下来, 其中各区域的边界, 就是平行于纤维方向的纵向裂纹面。根据文献[15], 室温时基体的周向残余拉应力大于高温时的该应力, 因此室温时更容易形成纵向裂纹面。图5f

也反映出高温拉伸过程中基体发生了大规模的塑性变形, 该特点遍及整个断口, 因此可以确定高温时基体的断裂形式为韧性断裂。尽管室温断口区域4中的基体断裂形式也为韧性断裂, 但不难发现, 高温拉伸时基体的塑性变形量大于室温。另外, 图5f还反映出高温时除了C层/反应层界面脱黏开裂之外, W/SiC界面也出现了开裂, 并且SiC与W的反应层依附在SiC一侧。该现象再次说明高温时W/SiC的界面结合强度与室温相比也有所下降。

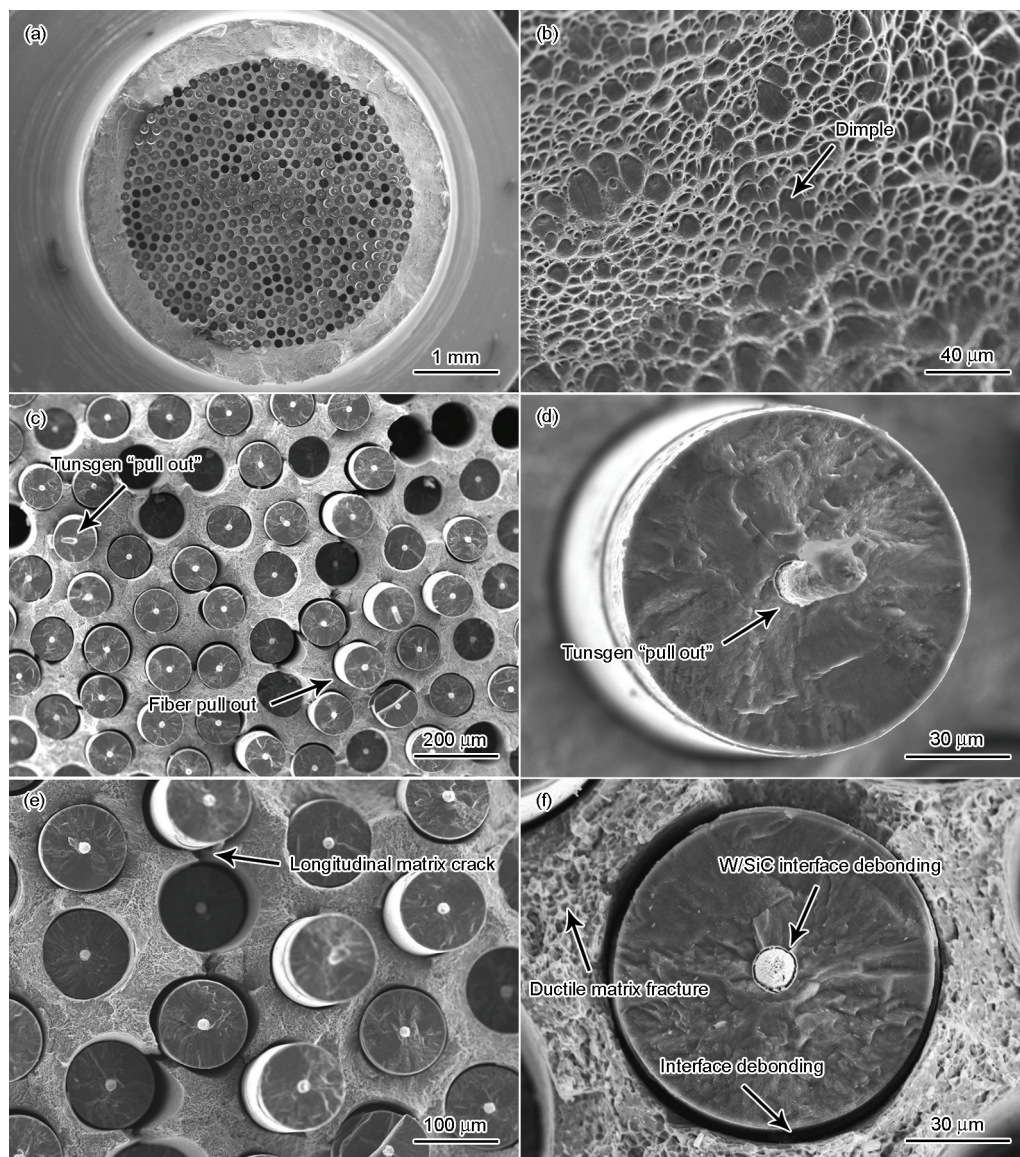


图5 SiC/TC17 复合材料 773 K 拉伸断口形貌

Fig.5 Fracture morphologies of the fracture surface of the SiC/TC17 composites at 773 K

- (a) panorama of fracture surface
- (b) dimples in the TC17 canning
- (c) local irregular fracture surface
- (d) tungsten "pull-out"
- (e) longitudinal matrix cracks
- (f) interface debonding and matrix damage in a ductile way

2.4 SiC/TC17 复合材料拉伸断裂机制

2.4.1 SiC/TC17 复合材料室温拉伸断裂机制

SiC/TC17 复合材料室温拉伸断口中(图 4a)平坦区域 1, 2, 3 和 5 的纵剖面典型形貌如图 6 所示。从图 6a 可以看出, 复合材料断裂面显示为一条规则的折线, 说明在裂纹扩展过程中发生了裂纹偏转, 或 2 个裂纹面相互对接的现象。纤维损伤区在距断裂面 300 μm 以内, 多发生一次断裂, 少数纤维发生多次断裂, 图片以外竖直方向距离断口更远的区域没有

观察到纤维断裂现象。大多数纤维的断裂面较为平整, 几乎与断口平面平行, 即垂直于纤维轴向, 说明纤维断裂主要受到轴向拉伸载荷作用。图 6b 是断口附近的一根断裂纤维, 其反应层牢牢地附着在基体上, 并且反应层中存在一些横向裂纹, 大多数反应层横向裂纹没有引起周围基体的断裂, 仅有少数靠近纤维断裂面的反应层横向裂纹扩展进入到基体, 成为后来引发基体断裂的裂纹源, 如图 6c 所示。图 6d 是断裂面附近典型的基体形貌, 基体的断面平

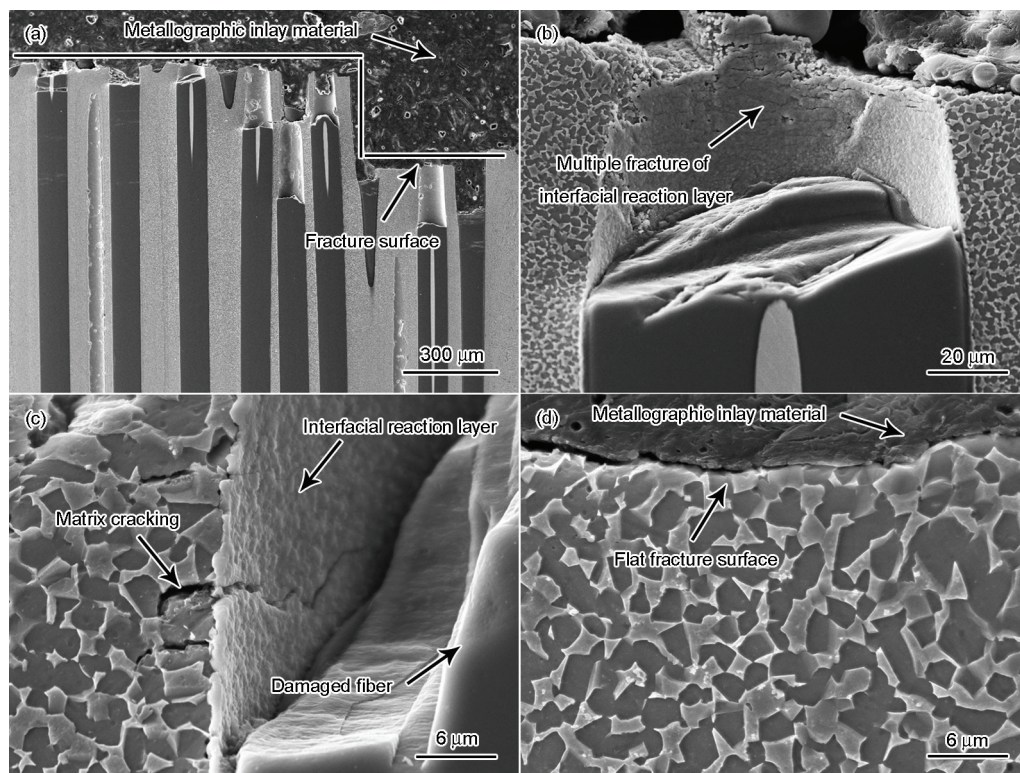


图6 SiC/TC17 复合材料室温拉伸断口中平坦区域的纵剖面典型形貌

Fig.6 Typical morphologies of longitudinal section related to the flat fracture regions in fracture surface of the SiC/TC17 composites at room temperature

- (a) partial macromorphology of longitudinal section
- (b) multiple fracture of reaction layer near damaged fiber
- (c) matrix cracking from the damaged reaction layer following fiber fracture
- (d) flat fracture surface of matrix

整, 没有明显的变形痕迹, 显示出穿晶断裂的迹象. 上述现象说明基体断裂发生在其周围纤维断裂之后, 是反应层裂纹在基体中扩展所致.

SiC/TC17 复合材料室温拉伸断口中(图4a)起伏较大区域4的纵剖面典型形貌如图7所示. 从图7a可以看出, 断裂面不在同一水平面上. 纤维损伤区长度比平坦区域大幅提高, 在距断裂面1 mm以外仍可观察到纤维断裂迹象, 绝大多数纤维都发生了多次断裂, 图片以外距离断口更远的区域没有发现纤维断裂现象. 多数纤维的断裂面较为平整, 垂直于纤维轴向, 少数纤维的断裂面与纤维轴向夹角小于90°, 且断裂损伤较为严重, 纤维断口附近聚集着大量的纤维碎片, W芯发生了多次断裂. 另外, 断裂纤维附近的基体有塑性变形的迹象, 如图7b所示, 说明少数损伤严重的纤维, 其断裂并不是因轴向载荷过大使纤维表面或内部缺陷产生裂纹并快速贯穿纤维所致, 而是纤维表面受到基体的挤压后, 局部形成多条裂纹并相互交错、连接的结果. SiC和W芯碎片被清除之后, 可以清晰地观察到反

应层中存在大量的横向裂纹, 如图7c所示, 这些裂纹没有扩展进入基体. 图7d是断裂面附近典型的基体形貌, 可见, 断口的基体发生了较大程度的塑性变形, 并且内部出现一些微孔洞. 上述现象说明该区域内基体断裂发生在其周围纤维断裂之后, 是因轴向载荷过大引起的韧性断裂, 裂纹萌生于内部微孔, 并非源自于断裂纤维附近的反应层多次裂纹.

从基体形变量的大小分析, 起伏较大区域的断裂发生在平坦区域断裂之后, 对应着室温应力-应变曲线中第二段直线段的末端, 而多个平坦区域的断裂对应着室温应力-应变曲线中第二段直线的开始, 第二段直线中出现的几处波动很可能是由于横向裂纹面在扩展途中遇到纵向裂纹面后, 扩展突然停止引起的样品震动所导致.

2.4.2 SiC/TC17 复合材料高温拉伸断裂机制

SiC/TC17 复合材料 773 K 拉伸断口附近区域的纵剖面局部形貌如图8所示. 从图8a可以看出, 复合材料拉伸断面形状极不规则, 基体塑性变形以及纤维拔出现象明显. 纤维损伤区最远可以延伸至距断裂

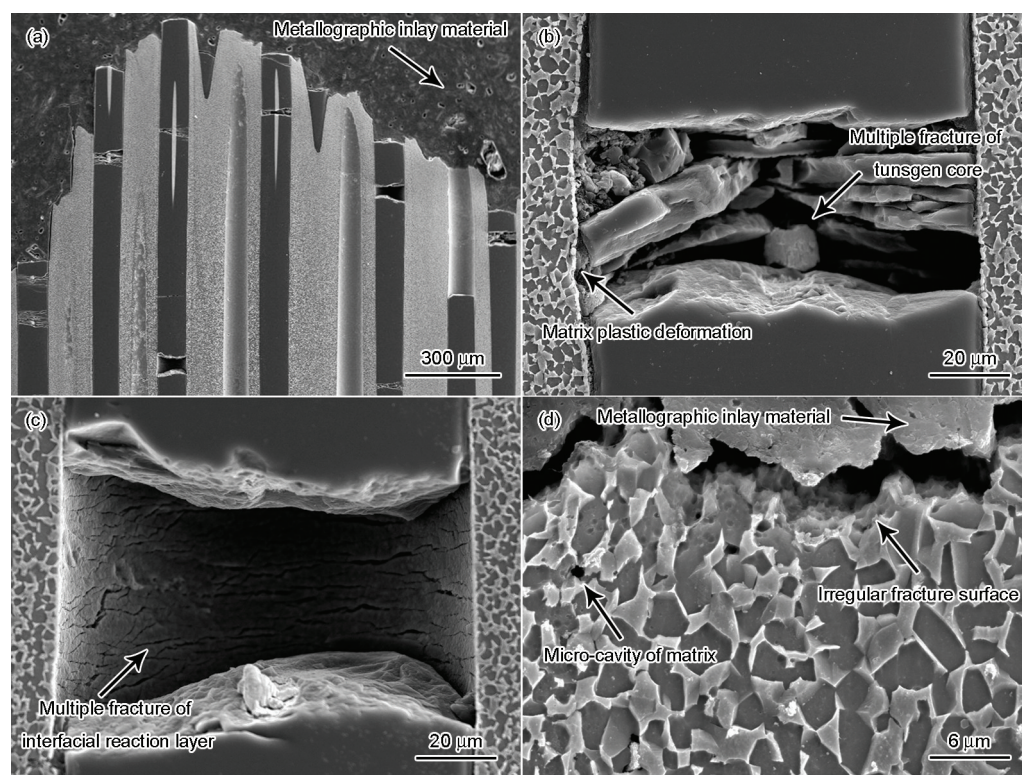


图7 SiC/TC17复合材料室温拉伸断口中起伏较大区域的纵剖面典型形貌

Fig.7 Typical morphologies of longitudinal section related to the irregular fracture region in fracture surface of the SiC/TC17 composites at room temperature

- (a) partial macromorphology of longitudinal section
- (b) multiple fracture of tungsten core and matrix plastic deformation near the damaged fiber
- (c) multiple fracture of reaction layer near damaged fiber
- (d) irregular fracture surface and micro-cavities of matrix

面 2 mm 左右, 纤维发生多次断裂, 纤维损伤程度大于室温, 多数纤维的断裂面与纤维横截面呈一定角度, 说明纤维断裂时受到了剪切力的作用. 绝大多数纤维发生粉碎性断裂, 但是没有造成 W 芯的多次断裂. 一些 W 芯也出现了拔出现象, 如图 8b 所示. 图 8b 全面地展现了纤维粉碎性断裂、界面脱黏、裂纹偏转、纤维滑移、界面附近基体塑性变形和“W 芯拔出”机制, 这些断裂机制都能够在一定程度上吸收裂纹尖端能量, 起到了阻碍裂纹扩展的作用. 产生这些机制的原因是高温时界面处的径向残余压应力降低, 造成界面结合强度下降. 高温时, 纤维断裂面附近的反应层仍然有大量横向裂纹, 如图 8c 所示, 但与室温时反应层的多次裂纹相比, 高温时多次断裂反应层的横向裂纹密度减小, 裂纹间距加大, 这是高温时界面剪切强度下降的结果. 另外, 很多纤维断裂面附近的反应层上都黏附着少量的残余 C 层, 这些 C 层与反应层一起发生多次断裂, 说明这些纤维的断裂是源于内部的裂纹萌生, 当裂纹到达 C 层后, 发生钝化或者偏转, 没有扩展进入基体.

图 8d 为断口附近基体的典型形貌. 可见, 基体内部出现大量的空洞, 说明基体发生了较大程度的塑性变形, 在整个纵剖面样品的基体断面附近, 没有观察到基体脆性断裂的迹象.

高温时, 基体受以下几方面影响将提前屈服: 第一, 高温时基体屈服抗力降低; 第二, 高温(拉伸测试温度)时基体中仍然有部分的轴向残余拉应力未被释放; 第三, 界面结合强度下降导致界面传递载荷的能力降低, 基体承受的载荷增加. 因此, 高温时在纤维未被轴向载荷拉断之前, 基体已经发生屈服, 基体变形会在纤维表面形成压缩载荷, 随着基体变形量的增加, 压缩载荷增加, 纤维沿着基体颈缩方向(与加载方向呈 55° 夹角)断裂. 由于该压缩载荷为面载荷, 因此纤维断面并不是单一的裂纹面, 而是多片层的“薄饼结构”^[16], 即之前提到的纤维粉碎性断裂, 如图 9a 所示. 这些纤维的断裂通常起源于 W/SiC 界面, 这是由于该界面反应产物为 W_2C , WSi_2 等脆性相, 且反应层厚度较薄, 约 120 nm ^[17], 抗拉强度较低. W/SiC 界面反应层断裂以后, 导致 SiC

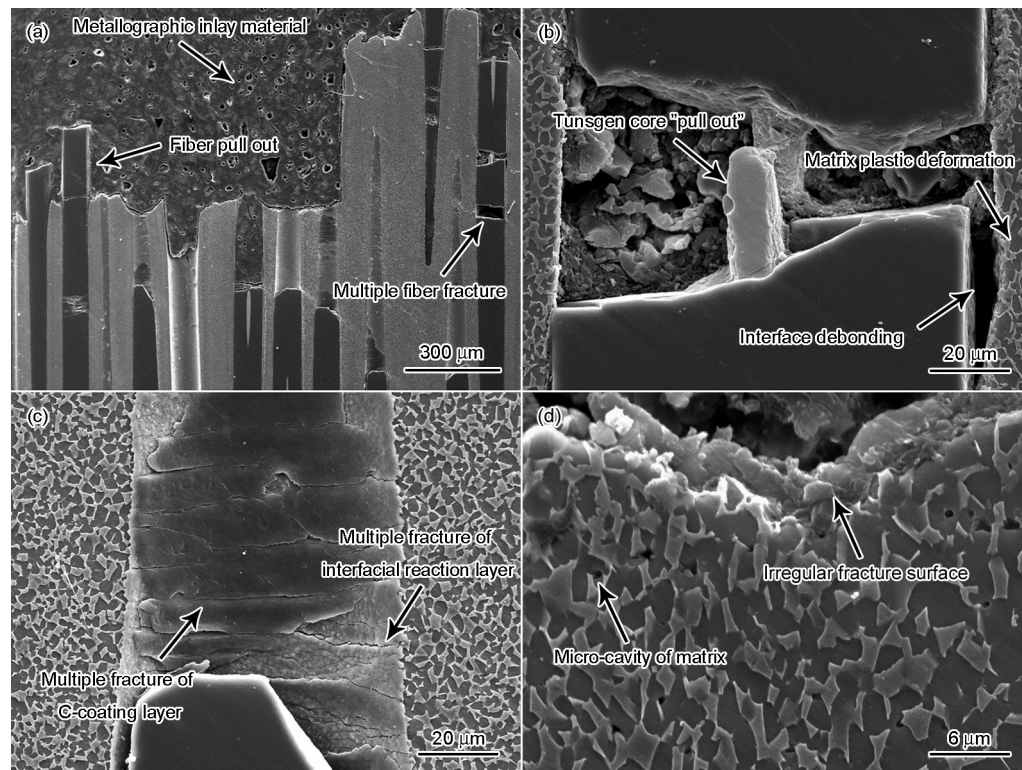


图8 SiC/TC17 复合材料 773 K 拉伸断口的纵剖面典型形貌

Fig.8 Typical morphologies of longitudinal section of fracture surface of the SiC/TC17 composites at 773 K

- (a) partial macromorphology of longitudinal section
- (b) a damaged fiber with many fracture mechanisms
- (c) multiple fracture of reaction layer and C-coating layer near damaged fiber
- (d) irregular fracture surface and micro-cavities of matrix

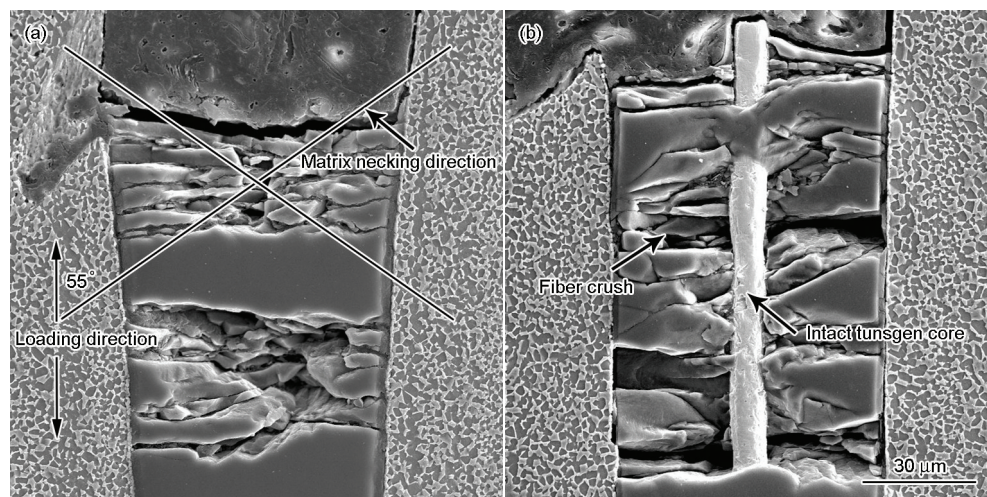


图9 SiC/TC17 复合材料高温拉伸时的纤维断裂

Fig.9 Fiber fracture of the SiC/TC17 composites in tensile testing at elevated temperature

- (a) formation of pancake structure
- (b) formation of tungsten core pull-out

断裂以及 W/反应层界面脱黏, 因此, 当“薄饼结构”中的 SiC 碎片被清除之后, 可以观察到完整的 W 芯被保留下来, 如图 9b 所示. 可见, W 芯“拔出”并不是真正意义上的拔出现象, 它与纤维拔出截然不同,

后者是当纤维断裂发生后整体从界面中抽拔出来. 室温时 W 芯发生多次断裂但没有发生“拔出”是由于界面结合强度较大的缘故.

对比可见, 高温时复合材料断口中多种断裂机

制与室温断口起伏较大区域出现的断裂机制相似,比如基体塑性变形、界面开裂、纤维多次断裂等,只是高温时,这些机制的出现更加普遍,特征更加明显,并且对复合材料的断裂损伤过程起决定作用.尽管室温断口起伏较大区域中也出现了与高温断口类似的断裂机制,但相比于平坦区域的断裂机制,界面开裂、基体塑性变形等机制在整个断口中出现频率较低,因此室温时复合材料断裂损伤过程主要受平坦区域的断裂机制决定.

3 分析讨论

3.1 SiC/TC17 复合材料室温和高温拉伸断裂强度

SiC 纤维增强钛基复合材料的断裂强度一般由混合定律(ROM)^[18]进行估测,但是该定律假定所有纤维的抗拉强度一致,承载过程中纤维上的应力分布相同,这显然与实际不符,因此估算结果误差较大.事实上,纤维抗拉强度具有一定的分散性,并且由于材料结构及制备工艺等原因使纤维在基体中的应力分布存在差别. GLS 模型和 LLS 模型考虑了纤维强度分散性以及弱纤维断裂后载荷再分配的问题,其断裂强度估测值有利于对复合材料断裂机制的分析及断裂过程的解释.

3.1.1 GLS 模型 Curtin^[19,20]发展了 GLS 模型,该模型将复合材料视为一系列连续的相对独立的环节,每个环节的长度 L 等于纤维在基体中滑移长度的 2 倍.当某一薄弱环节中的纤维断裂后,载荷将由整个截面上未断的纤维共同承担,纤维的随机累计损伤引发材料的最终断裂,而纤维断裂后产生的应力集中不足以改变纤维累计损伤的随机性,因此不计应力集中的影响.以 GLS 模型计算复合材料的断裂强度,可采用下式进行计算^[4,11,18,21]:

$$\sigma_{\text{comp}} = V_f \sigma_c \left(\frac{2}{m+2} \right)^{\frac{1}{m+1}} \frac{m+1}{m+2} + (1 - V_f) \sigma_{\text{my}} \quad (1)$$

式中, σ_{comp} 为复合材料的断裂强度; V_f 为复合材料标段部分的纤维体积分数, 33%; m 为 Weibull 模数, 取

8.0; σ_{my} 为复合材料断裂时基体的拉伸应力; σ_c 为复合材料中纤维滑移的临界强度,表达式为^[5,8,14]:

$$\sigma_c = \left(\frac{2\sigma_0^m \tau L_0}{d_f} \right)^{\frac{1}{m+1}} \quad (2)$$

式中, σ_0 为纤维的 Weibull 分布特征强度; τ 为界面滑移应力; L_0 为复合材料拉伸试样标段长度, 22.5 mm; d_f 为纤维直径, 103 μm .

结合本工作材料制备工艺和纤维-基体界面的结构特点,并参考文献[22~24],室温及 773 K 时 τ 分别取 138 和 78 MPa; σ_{my} 的取值需要考虑基体的轴向残余拉应力影响.室温拉伸时 SiC/TC17 复合材料的断裂应变是 0.91%, 即当复合材料断裂时,基体所受外加载荷产生的应变也为 0.91%,由基体的室温应力-应变曲线(图 2)可知,该应变对应的应力为 951.3 MPa,加上基体固有的轴向残余拉应力 275.6 MPa^[15],复合材料断裂时基体的拉伸应力为 1226.9 MPa.以同样方式计算,773 K 时 σ_{my} 取值为 735.6 MPa.可见,经该方法计算的复合材料断裂时基体的拉伸应力明显大于 TC17 合金的室温和高温拉伸断裂强度,可能的原因是复合材料中基体的晶粒尺寸细小(<10 μm),产生了细晶强化作用.室温时,纤维在达到其抗拉强度后断裂, σ_c 的取值为 3611.4 MPa,但 773 K 时由于纤维受到基体的压缩载荷断裂,断裂强度达不到纤维抗拉强度,因此 σ_c 的取值需考虑基体屈服的影响.773 K 时,复合材料的屈服应变和断裂应变分别为 0.57% 和 0.79%,纤维断裂应变介于二者之间,本计算选取其平均值 0.68%,室温时纤维断裂应变为 0.91%,故 773 K 时 σ_c 的取值为 3611.4 MPa \times 0.68% / 0.91% = 2698.6 MPa. SiC/TC17 复合材料室温和高温断裂强度的 GLS 模型估算结果见表 2.

3.1.2 LLS 模型 LLS 模型认为某一弱纤维断裂后,将对周围的完整纤维造成应力集中,增加其断裂几率,当邻近的断裂纤维达到一定数量,即

表 2 SiC/TC17 复合材料断裂强度的实验值及模型估测结果

Table 2 Experimental and model prediction results of fracture strength for the SiC/TC17 composites

Testing temperature K	$\sigma_{\text{comp}} / \text{MPa}$					
	Experiment	GLS	LLS, $i=1$	LLS, $i=2$	LLS, $i=3$	LLS, $i=4$
298	1717	2048	1361	1608	1701	1746
773	1341	1381	599	1071	1136	1167

Note: σ_{comp} —fracture strength of composites; i —nearby broken fiber number needed to form critical fiber cluster; GLS and LLS show the prediction results of global loading sharing model and local loading sharing model, respectively

形成临界断裂纤维簇后, 引发复合材料断裂. 由 i 根邻近断裂纤维形成临界断裂纤维簇导致材料断裂时, 复合材料断裂强度的 LLS 模型表达式为^[14,18]:

$$\sigma_{\text{comp}} = V_f \sigma_0 \left(\frac{L_0^i}{NC} \right)^{\frac{1}{m}} + (1 - V_f) \sigma_{\text{my}} \quad (3)$$

式中, i 为形成临界断裂纤维簇所需要的邻近断裂纤维数量; N 为拉伸试样标段中的纤维数量, 取 575 根; C 可以写为式(4)的形式^[14]:

$$C = \prod_{j=1}^i C_j \quad (4)$$

式中, C_j 为具有长度单位的常数, 其中 C_1 取拉伸试样的标段长度, 为 22.5 mm; C_2 , C_3 和 C_4 的表达式如下^[14], 其它 C_j 可参考文献[14]计算得到:

$$C_2 = 12 \int_0^{\delta_c} (1 + k_1)^m dz \quad (5)$$

$$C_3 = 12 \int_0^{\delta_c} (1 + k_1)^m dz + 4 \int_0^{\delta_c} (1 + 2k_1)^m dz \quad (6)$$

$$C_4 = 12 \int_0^{\delta_c} (1 + k_1)^m dz + 6 \int_0^{\delta_c} (1 + 2k_1)^m dz \quad (7)$$

式中, k_1 为应力集中因子, 取 4%^[14,21]; δ_c 为复合材料中纤维滑移的临界长度, 其表达式为^[5,8,14]:

$$\delta_c = \left(\frac{\sigma_0 d_f L_0^{\frac{1}{m}}}{2\tau} \right)^{\frac{m}{m+1}} \quad (8)$$

在 LLS 模型计算过程中, V_f , σ_0 , L_0 , m , σ_{my} 和 τ 的取值与 GLS 模型计算过程中一致. 利用式(3)~(8), 分别计算了由 1~4 根邻近断裂纤维形成临界裂纹时复合材料的断裂强度, 结果如表 2 所示. 由表 2 可知, 室温时 GLS 模型过高地估计了复合材料的断裂强度, 计算结果与实验值明显不符. 而 LLS 模型中当 $i=3$ 和 $i=4$ 时的计算结果与实验值十分吻合, 偏差分别为 -1% 和 2%, 当 $i=1$ 和 $i=2$ 时, 计算结果与实验值偏差较大. 表明室温时 SiC/TC17 复合材料的损伤受 LLS 断裂模式控制, 即当少数薄弱纤维断裂后, 纤维裂纹面对周围基体和纤维造成的较大的应力集中, 导致周围纤维断裂, 当 3 根以上的邻近断裂纤维形成临界断裂纤维簇后引起了裂纹的快速扩展. González 等^[14]和 Li 等^[21]利用 LLS 模型对 SiC/Ti-6Al-4V 复合材料的室温抗拉强度进行估算, 估算结果与实验值也基本吻合. 773 K 时, GLS 模型的计算结果与实验值基本一致, 偏差为 3%, 而 LLS 模型的 4 组计算结果都明显低于实验值. 说明高温时 SiC/

TC17 复合材料的断裂过程受 GLS 断裂模式控制, 即当少数薄弱纤维断裂后, 界面脱黏, 裂纹在界面处发生偏转, 不会对周围纤维造成应力集中, 纤维发生随机断裂. 由前文可见, 室温和高温拉伸断口及其纵剖面所显示的形貌分别与 LLS 模型和 GLS 模型代表的断裂机制相吻合, 同样证明了 LLS 模型和 GLS 模型对 SiC/TC17 复合材料断裂强度预测和断裂模式分析的准确性.

3.2 SiC/TC17 复合材料室温和高温拉伸断裂过程

3.2.1 室温拉伸断裂过程 具有 C 涂层的 SiC 纤维增强钛基复合材料的界面反应层主要是 TiC 脆性相, 内部存在较多缺陷, 抗拉强度远低于纤维和基体, 在拉伸载荷作用下, 反应层最易萌生裂纹, 并在裂纹尖端形成应力集中^[25]. 然而, 反应层内侧的 SiC 纤维强度较高, 裂纹尖端的应力集中不足以造成 SiC 纤维断裂, 反应层外侧的 TC17 合金属于韧性基体, 基体发生微小屈服也可以阻止反应层裂纹的扩展, 因此拉伸过程初期, 反应层裂纹既不能穿过 SiC 纤维, 也不会扩展进入基体, 仅可能引起 C 层/反应层发生有限的界面脱黏或者反应层发生多次断裂. 随着载荷的增加, 当应力-应变曲线进入到第二段直线阶段后, 因纤维强度分散性以及反应层微裂纹的双重影响, 一些存在于表面或内部缺陷的 SiC 纤维发生随机断裂, SiC 纤维裂纹在到达界面后钝化或者偏转有限的距离, 并在周围基体和临近纤维形成应力集中, 导致同一截面的邻近 SiC 纤维断裂, 当同一截面上的邻近断裂纤维数量达到 3 根时, 这些 SiC 纤维的裂纹经由反应层裂纹面扩展进入基体, 汇合成较大的裂纹面, 然后这一裂纹迅速向四周扩展, 在此过程中, 若与纵向裂纹面相遇或者到达包套/复合材料界面时, 裂纹则发生偏转或停止扩展, 待其它断裂纤维簇形成的裂纹面扩展并与之相交后, 复合材料内部形成了一个面积更大的平坦裂纹面或者多个处于不同截面的平坦裂纹面. 之后, 整个样品进入到了快速断裂阶段, 即应力-应变曲线的第二段直线阶段后期, 样品中剩余未断的部分无法承受断裂面形成后所释放的大量载荷, 基体屈服, 剩余纤维在轴向拉伸和径向压缩载荷的作用下发生断裂, 随后剩余基体和包套瞬间被拉断, 样品完全断裂. SiC/TC17 复合材料室温拉伸断裂的主要过程如图 10 所示.

3.2.2 高温拉伸断裂过程 图 11 是 SiC/TC17 复合材料高温拉伸断裂过程示意图. 相比于室温, 高温拉伸加载开始后, 基体提前屈服, 反应层

受基体变形影响首先发生随机断裂, 导致周围 C 层/反应层界面脱黏, 反应层裂纹沿界面偏转一段距离后, 载荷重新转移到反应层引起二次断裂甚至多次断裂, 这个过程与室温时基本相似, 只是由于高温时界面容易脱黏, 使载荷重新转移到反应层的临界长度增加, 反应层多次裂纹间距比室温时更大. 随着载荷的增加, 基体变形量加大, 在 SiC 纤维表面产生压缩载荷, 纤维受此影响在内部 W/SiC 界面萌生裂纹并快速扩展, 导致纤维随机粉碎性断裂, 形成“薄饼结构”. SiC 纤维内部产生的裂纹进

入 C 层内部后可以引起 C 层劈裂, 若穿过 C 层到达 C 层/反应层界面则可以导致界面脱黏开裂, 2 种情形都会使裂纹发生偏转, 从而不会扩展进入基体. 然而, 界面脱黏使界面传递载荷的作用丧失, 造成 SiC 纤维断面附近的基体所承受的拉伸载荷增加, 特别是当近邻的一簇纤维在同一截面附近相继发生断裂后, 断裂纤维间分散的基体则完全靠自身承载, 载荷过大的区域会形成微孔洞. 当样品中的断裂纤维数量达到一定程度时, 在纤维断裂发生相对密集的某一截面附近, 基体和包套发生大规模塑性

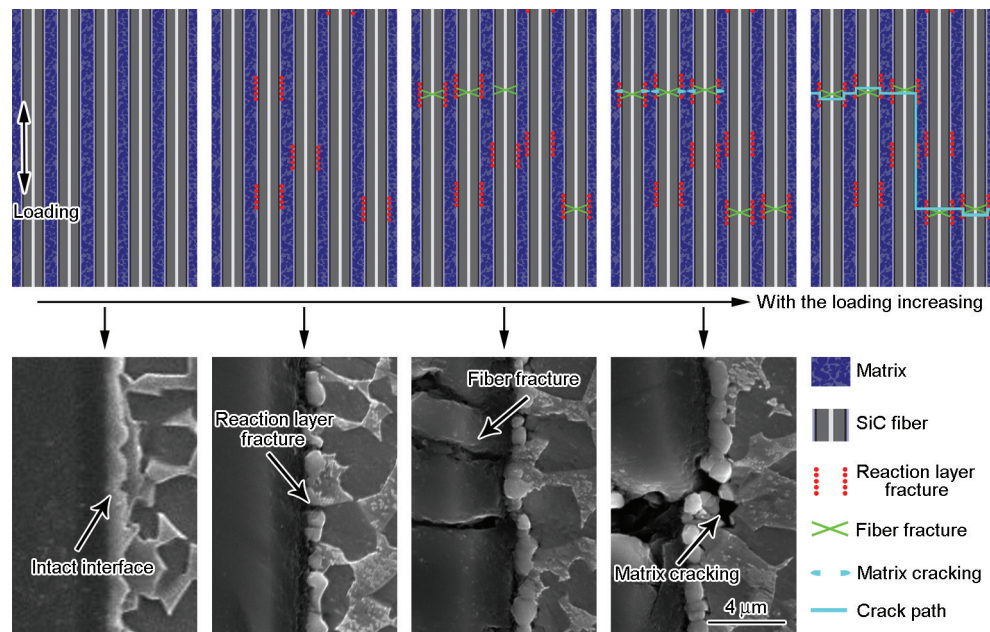


图 10 SiC/TC17 复合材料室温拉伸断裂过程

Fig.10 Tensile fracture process of the SiC/TC17 composites at room temperature

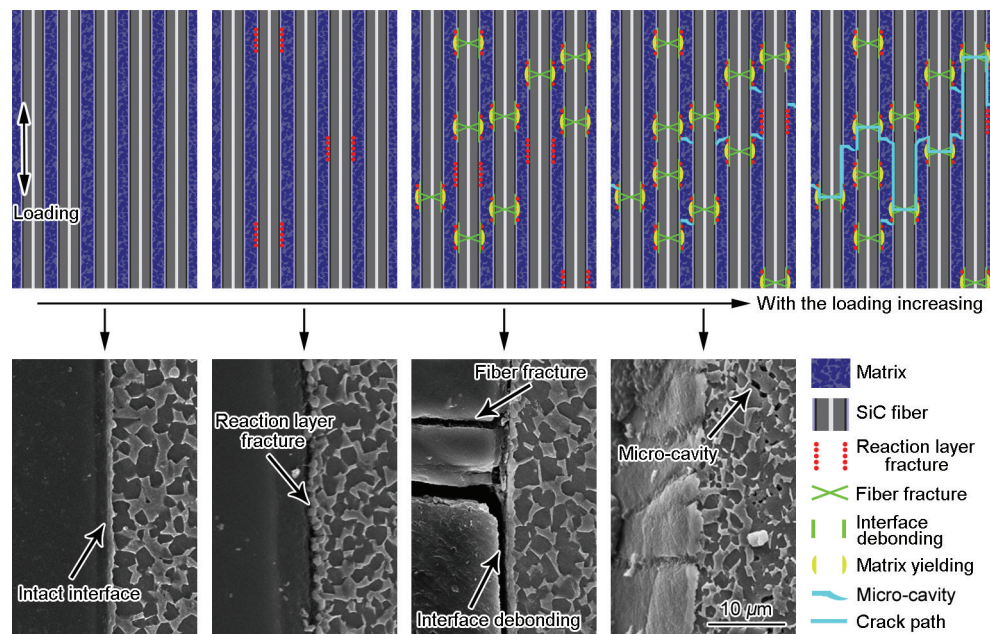


图 11 SiC/TC17 复合材料高温拉伸断裂过程

Fig.11 Tensile fracture process of the SiC/TC17 composites at elevated temperature

变形,最后发生微孔聚集性断裂,其断裂面与各纤维断裂面相互连接,试样完全断裂。事实上,高温拉伸过程与室温拉伸过程的最后阶段较为接近,区别是同样的断裂机制在高温拉伸过程中呈现得更为剧烈和显著。

4 结论

(1) SiC/TC17 复合材料的室温拉伸应力-应变曲线呈现出典型的双直线形状,高温拉伸应力-应变曲线则呈现出带有一定弧度的近直线形状。决定应力-应变曲线形状特点的主要因素是纤维线弹性变形和基体屈服。

(2) SiC/TC17 复合材料的室温断裂机制主要有:反应层多次断裂,纤维一次断裂,纤维裂纹扩展进入基体,基体穿晶断裂;高温断裂机制主要有:界面脱黏,裂纹偏转,反应层多次裂纹,C层劈裂,纤维多次断裂,纤维拔出,W 芯“拔出”,基体塑性变形,基体微孔洞。

(3) SiC/TC17 复合材料的室温拉伸损伤模式符合 LLS 模型,3 根以上的邻近断裂纤维形成临界断裂纤维簇后引起材料断裂;高温拉伸损伤模式符合 GLS 模型,大量纤维随机断裂和多次断裂导致材料断裂。

(4) SiC/TC17 复合材料的室温断裂过程为:反应层多次断裂→少量薄弱纤维随机断裂→临界断裂纤维簇形成→断裂纤维簇及附近断裂基体形成较大裂纹面→裂纹面扩展并与其它裂纹面连接→剩余少量纤维、基体、包套被快速拉断;高温断裂过程为:基体屈服→反应层多次断裂→纤维随机多次断裂→纤维-基体界面脱黏开裂→基体出现微孔洞→剩余少量纤维、基体、包套快速断裂。

参考文献

- [1] Christoph L, Frank K, Joachim H, Wolfgang A K. *Aerosp Sci Technol*, 2003; 7: 201
- [2] Nicolas C, Frédéric F, Serge K. *Aerosp Sci Technol*, 2003; 7: 307
- [3] Naseem K, Yang Y Q, Luo X, Huang B, Feng G H. *Mater Sci Eng*, 2011; A528: 4507
- [4] Thomas M P, Winstone M R. *Compos Sci Technol*, 1999; 59: 297
- [5] Gundel D B, Wawner F E. *Compos Sci Technol*, 1997; 57: 471
- [6] Fukushima A, Fujiwara C, Kagawa Y, Masuda C. *Mater Sci Eng*, 2000; A276: 243
- [7] Weber C H, Chen X, Connell S J, Zok F W. *Acta Metall Mater*, 1994; 42: 3443
- [8] Gálvez F, González C, Poza P, Llorca J. *Scr Mater*, 2001; 44: 2667
- [9] Kagawa Y, Fujita T, Okura A. *Acta Metall Mater*, 1994; 42: 3019
- [10] Peters P W M, Hemptmayer J. *Composites*, 2002; 33A: 1373
- [11] Truon A, Ccota J, Maini P, Trias D, Mayugo J A. *Compos Sci Technol*, 2005; 65: 2039
- [12] Baik K H, Grant P S. *Scr Mater*, 2001; 4: 607
- [13] Yang Y Q, Zhu Y, Ma Z J, Chen Y. *Scr Mater*, 2004; 5: 385
- [14] González C, Llorca J. *Acta Mater*, 2001; 49: 3505
- [15] Zhang X. *PhD Dissertation*, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang, 2012
(张旭. 中国科学院金属研究所博士学位论文, 沈阳, 2012)
- [16] García-Leiva M C, Ocaña I, Martín-Meizoso A, Martínez-Esnaola J M, Marqués V, Heredero F. *Eng Fract Mech*, 2003; 70: 2137
- [17] Cheng T T, Jones I P, Shatwell R A, Doorbar P. *Mater Sci Eng*, 1999; A260: 139
- [18] Hill R A. *J Mech Phys Solids*, 1965; 13: 213
- [19] Curtin W A. *J Am Ceram Soc*, 1991; 74: 283
- [20] Curtin W A. *Composites*, 1993; 24: 98
- [21] Li J K, Yang Y Q, Yuan M N, Luo X, Li L L. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 2008; 18: 523
- [22] Chandra N, Ghonem H. *Composites*, 2001; 32A: 575
- [23] Chandra N, Ananth C R. *Compos Sci Technol*, 1995; 54: 87
- [24] Kalton A F, Howard S J, Janczak-rusch J, Clyne T W. *Acta Mater*, 1998; 46: 3175
- [25] Jeng S M, Yang J M, Yang C J. *Mater Sci Eng*, 1991; A138: 169

(责任编辑:肖素红)